10

### Verfahren zur Gasbefüllung von Druckgasbehältern

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gasbefüllung von Druckgasbehältern, insbesondere in Airbag-Systemen, mit einem Gasgemisch.

Bei Airbags in Fahrzeugen kommen verstärkt neue Gasgeneratoren zum Einsatz, die den Luftsack bei einem Unfall in wenigen Millisekunden aufblasen. Zur Zeit werden drei Typen von Gasgeneratoren eingesetzt:

- Chemische Generatoren, bei denen das Gas durch die Reaktion eines chemischen Feststoffes mit der Umgebungsluft erzeugt wird;
- So genante Hybridgeneratoren, die aus einer Kombination von Festbrennstoff und Druckgaspackung bestehen und
- reine Gasgeneratoren mit einem Hochdruck-Gasspelchersystem bei Drücken bis zu 700 Bar bei 15 ° C.

Die Gasgeneratoren, die mit verschiedenen Gasen gefüllt sind, werfen bei der Herstellung enorme technische Probleme auf, sowohl bei deren Herstellung als auch bei der Befüllung mit Drucken bis zu 1000 Bar. Diese Drucke werden insbesondere bei schneller Befüllung auf Grund der Kompressionswärme erforderlich, um die genau vorgegebenen Gasmassen einzufüllen. Diese sind für die spätere Aufblascharakteristik des Airbags von entscheidender Bedeutung.

Als Gase kommen z.B. zum Einsatz Argon, Sauerstoff, Stickstoff, Distickstoffmonoxid (Lachgas), sowohl als Reinstgase als auch als Gasgemische aus diesen Komponenten.

Bei gasgefüllten Gasgeneratoren wird gefordert:

- 1. Fülldrucke bis 1000 bar ( P(T)) für höhere Speicherdichte bzw. kompaktere Baumaße
- Genaue und Exakte Füllmengenbestimmung bei hohen Drucken
  - 3. Schnelle Befüllung, da diese die Taktzeiten bestimmt
  - 4. Der Vorgang muß in hohem Maße reproduzierbar sein

WO 2005/059431 PCT/EP2004/053405

Um die sehr hohen Drücke zu erzeugen sind sehr teure und aufwendige Kolbenoder Membranverdichter erforderlich. Dies führt zu hohen Invest-Kösten, hohen Betriebs- und Wartungskosten Zusätzlich wird eine für diese Drücke entsprechend aufwendige und teure nachgeschaltete Gasversorgung erforderlich.

Mit zunehmenden Drucken steigt auf Grund der Kompressionswärme und der ungleichen Temperaturverteilung im Druckbehälter die Ungenauigkeit der exakten Fullmengenbestimmung, die aber für die spätere definierte Funktionsweise des Generators zwingend erforderlich ist

Mit zunehmenden Drücken wird es technisch schwieriger und aufwendiger schnelle. Füllzeiten zu erreichen. Es besteht der direkte Zusammenhang zwischen Füllzeit und der Erwamung während des Füllvorgangs. D.h. je schneller gefüllt wird: um so mehr steigt die Gastemperatur. Dies hat zur Folge hat, dass der Fülldruck noch weiter, erhöht werden muß um bei 15 °C oder einer anderen definierten Temperatur die exakte Menge Gas einzufüllen.

Die Reproduzierbarkeit wird aus den genannten Gründen schwieriger, oder bedeutet aufwendige QS-Maßnahmen, wie z.B. das Wiegen der gefüllten Behälter zur exakten 20 Fullmengenbestimmung. Gleichzeitig ist eine stark steigende Ausschussrate bei höheren Drucken zu erwanen. Dies wiederum führt zu geringerer Wirtschaftlichkeit des ganzen Prozesses und damit zu höheren Herstellkosten.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein alternatives Verfahren für die Hochdruck-Gasbefüllung von Druckgefäßen, insbesondere von Airbag-Gasgeneratoren, mit einem Gasgemisch zu schaffen.

Diese Aufgabe wird erlindungsgemaß gelöst durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Ansprüchs 1

Das Verfahren zum Befüllen eines Druckgasbehälters, insbesondere eines Druckgefäßes in einem Airbag-System, mit einem Gasgemisch ist gekennzeichnet durch die Befüllung des Drückgasbehälfers bei einer Temperatur, bei der mindestens eine Gaskomponente des Gasgemisches oder herzustellenden Gasgemisches in dem Drückgasbehälter.

gelangt. Das abgefüllte oder in dem Druckgasbehälter herzustellende Gasgemisch dient vorteilhaft zur Herstellung einer Druckgasquelle, insbesondere zur Befüllung eines Druckgasbehälters mit einem Gasgemisch unter Hochdruck (Drücke im Druckgasbehälter z.B. über 50 bar absolut, vorzugsweise über 100 bar, besonders bevorzugt über 200 bar, insbesondere über 250 bar. Das Verfahren ist gekennzeichnet dürch die Abfüllung der gleichzeitigen oder nacheinander erfolgenden Abfüllung der Gaskomponenten eines Gasgemisches in gasförmiger oder flüssiger Phase in einen gekühlten Druckgasbehälter, der eine Temperatur aufweist, die der Siedetemperatur einer Gaskomponente oder einer Temperatur unter dieser Siedetemperatur entspricht (als die Kälte bezeichnet), Verschließen des Druckgasbehälters in der Kälte. Die Herstellung des Drückes insbesondere eines Hochdruckes, im befüllten und verschlossenen Druckgasbehälter erfolgt in der Regel durch Erwärmung

Bei dem Verfahren werden Druckgasbehälter mit einem Gasgemisch (bezogen auf Raumtemperatur und Normaldruck) befüllt, beispielsweise durch Befüllen des Druckgasbehälters mit einem abgekühlten gasförmigen Gasgemisch, Befüllen des Druckgasbehälters mit einem abgekühlten flüssigen (z.B. källeverflüssigten) Gasgemisch oder Befüllen des Druckgasbehälters mit mindestens einem 20 abgekühlten gasförmigen Gas oder Gasgemisch und mindestens einem abgekühlten flüssigen oder Gasgemisch:

Der Drückgasbehälter entspricht beispielsweise einem Druckgefäß in üblichen Gasgeneratoren für Airbag-Systeme: Druckgasbehälter sind ferner 25 - Druckgasflaschen, Druckdosen, Druckpatronen, Kleinstdruckgasflaschen.

Der Druckgasbehalter ist z.B. ein Druckgefaß; das ein Teil eines Gasgenerators eines Airbag-Systems ist. Das Drückgefaß ist beispielsweise auch ein selbständiges Teil wie eine Druckpatrone, ein Kleinstdruckgasbehälter oder kleinerer Druckgasbehälter. Das Drückgefaß ist vorzugsweise ein kryotaugliches Druckgasgefäß; das den durch die tiefkalte Befüllung ausgelösten, abrupten, lokalen Temperaturanderungen zwischen der Umgebungstemperatur und der Fülltemperatur, beispielsweise bis 250 °C, standhält und das eingefüllte Gas nach der Temperaturerhöhung bei den resultierenden Speicherdrücken sicher umschließt. Geeignete Werkstoffe für die Drückgefaße sind z.B. die standardisierten.

WO 2005/059431 PCT/EP2004/053405

metastabilen austenitischen CrNi-Stähle, Insbesondere die Typen 1.4301, 1.4307,

- Bei dem Verfahren wird der Druckgasbehälter oder das Druckgefäß, z.B. eine zu befüllende Kammer in einem Gasgenerator eines Airbag-Systems; beispielsweise mit einer Druckgasquelle für das Füllgas (z.B. ein Gas; das eine Komponente eines herzustellenden Gasgemisches ist, oder ein gasförmiges Gasgemisch) verbunden. In der Regel erfolgt dies über eine Gasleitung: Die Druckgasquelle ist beispielsweise ein Druckgasbehälter, insbesondere eine Druckgasflasche, oder eine
- Hochdruckgasversorgung: Nach Verbindung der Füllkammer mit der Druckgasquelle werden die Wände des zu befüllenden Druckgasbehälters auf die Befülltemperatur abgekühlt. Die Befülltemperatur liegt in der Regel unter 0°C, vorzugsweise unter minus 50°C und besonders bevorzugt unter minus 100°C, insbesondere bei einer Temperatur unter minus 150°C. Vorteilhalt ist eine Befüllung bei der Temperatur von kälteverfüssigtem Wasserstoff (-253°C), kälteverflüssigtem Stickstoff (-196°C),
- kälteverilüssigtem Sauerstoff (-183°C), kälteverilüssigtem Argon (-186°C) oder Trockeneis (-78,5°C), je nach Art des Füllgases und des gewünschten, zu erzeugenden Fülldruckes: Die Kühlung des Druckgefäßes erfolgt bevorzugt bei einer

konstanten Temperatur. Die Kühlung erfolgt z.B. mittels eines Kältebades oder

- 20 Tauchbades mit einer Kühlflüssigkeit (z.B. tiefkalt verflüssigte Gase); eines Kühlblocks (z.B. gekühlter Metallblock); eines kalten Gases (z.B. Einsatz eines Gastunnels), kalten Feststofftellchen (z.B. gekühlte Metallkugein;
  - Trockeneisteilchen), einem kalten Feststoff (z.B. Trockeneis) oder einer thermostatisierbaren Kuhleinrichtung; Beispielsweise erfolgt die Kühlung in einem Tauchbad mit einem Kältemittel wie kälteverflüssigten Sticktoff (LN2): Ein Kältebad mit einem tiefkalt verflüssigten Gas oder Trockeneis bietet den Vorteil der

Kältekonstanz.

Besonders vorteilhaft ist die Verwendung eines kalteverflüssigten Gases (z. B. LN2) 30. als Kaltemittel in einem Kaltebad;

- Am Siedepunkt ist die Temperatur nur vom Druck abhängig, also z. B. bei konstantem Umgebungsdruck exakt definiert
- Durch den guten Warmeübergang in der siedenden Flüssigkeit wird der Behälter schneit bis zur innenoberfläche auf ebenfalls exakt die Siedetemperatur gebracht:

Der Fülldrück zur Erzielung der erforderlichen Füllmenge wird gegenüber einem konventionellen Füllverfahren drastisch abgesenkt, z. B., auf 20 – 25%, d.h. um den Faktor 4 bis 5; für Gasgemische, die auch tiefersiedende.

Gaskomponenten enihalten (bezogen auf die Befüllungstemperatur) kann noch eine wesentlich stärkere Druckabsenkung erreicht werden, je nach Anteil der Komponenten.

Das zu speichemde Gas oder Gasgemisch gelangt vorteilhaft im tiefkalten; gastormigen Zustand (z.B.; durch Kühlung im Druckgefäß oder durch Kühlung vor dem Druckgefäß) in das Druckgefäß. Das Druckgefäß ist vor der Befüllung vorteilhaft eyakulert. Zur Befüllung wird eine Verbindting zwischen dem gekühlten Druckgefäß und der ungekühlten Druckgasquelle hergestellt ein bestimmter. Druck eingestellt. Die Druckgasquelle (z.B. eine Druckgasquelle mit dem Gas oder Gasgemisch) weist in der Regel eine Temperatur im Bereich von 0 °C und 100 °C auf. Die Druckgasquelle hat z.B. Umgebungstemperatur; insbesondere Raumtemperatur. (15 bis 30 °C): Bei der Befüllung des Druckgefäßes unterscheidet sich die Temperatur von Druckgefäß und Druckgasquelle vorzugsweise um mindestens 50 °C; besonders bevorzugt um mindestens 100 °C; insbesondere um mindestens 150 °C. Die Temperatur des Gases oder Gasgemisches in Druckgefäß und Druckgasquelle unterscheidet sich vorzugsweise um mindestens 50 °C; besonders bevorzugt um mindestens 150 °C. Die Temperatur des Gases oder Gasgemisches in Druckgefäß und Druckgasquelle unterscheidet sich vorzugsweise um mindestens 50 °C; besonders bevorzugt um mindestens 150 °C. Die mindestens 150 °C.

Der eingestellte oder bestehende Druck, das ist der Druck im gekühlten Druckgefaß (primärer Fülldruck), liegt im allgemeinen im Bereich von über, 1 bar bis 400 bar absolut, vorzugsweise im Bereich von 10 bar bis 300 bar absolut, besonders bevorzugt im Bereich von 50 bar bis 150 bar absolut, insbesondere im Bereich von 70 bar bis 100 bar absolut.

Die Befülltemperatur (Kühltemperatur) des Druckgefaßes wird vorzugsweise so gewählt, dass die Befülltemperatur über dem Siedepunkt des eingefüllten Gases oder dem Siedepunkt der höchstsiedenden Gaskomponente des eingefüllten Gasgemisches liegt, damit keine Köndensation des Gases in dem Druckgefaß erfolgt. Dies erlaubt eine manometrische Kontrolle der Befüllung und eine manometrische Bestimmung der Füllmenge,

Nach der Befüllung des gekühlten Drückbehalters wird dieser verschlössen und es folgt eine Erwärmung des Drückbehalters mit dem eingefüllten Gas. In der Regel wird auf die spätere Gebrauchstemperatür (Umgebungstemperatur oder Raumtemperatur) erwärmt. Die Erwärmung erfolgt beispielsweise durch Entfemung der Kühlquelle (z.B. durch Entnahme des gefüllten Druckbehälters aus einem Kältebad). Die Erwärmung auf Umgebungstemperatur erfolgt also beispielsweise durch Wärmeaustausch mit der Umgebung-Die Erwärmung wird alternativ auch durch aktive Beheizung bewirkt.

Der End-Fülldruck oder sekundare Fülldruck (Gleichgewichtsdruck) stellt sich nach der Erwärmung auf die gewünschte Temperatur, in der Regel die

no Umgebungstemperatur, ein. Der End-Fülldruck ist durch die eingefüllte Gasmenge

Zur Herstellung einer Drückgasquelle werden vorteilhaft bei der Befüllung des Druckgasbehällers Gasgemische hergestellt oder eingesetzt, die mindestens eine

15 Gaskomponente enthalten, die bei der Befülltemperatur als Gas vorliegt, und mindestens eine Gaskomponente enthalten, die bei der Befülltemperatur als Flüssigkeit vorliegt

In Tabelle 1 werden beispielhaft geeignete Befülltemperatüren für verschiedene zu Gasgemische oder herzustellende Gasgemische aufgeführt.

Tabelle 1: Beispiele von Gasen und Fülltemperaturen

Gasgemisch	Befülltemperatur	∕°C; Ka	Itemittel (f	lüssig ode	r fest)
He/Ar;	-253 °C; H2	-196	÷186	-183	-78°C;
He/N <sub>2</sub> ;	And the second s	°C:-:	°G; Ar	°CႏွO₂ ‴	CO2
He/CO2	A marin de la company	Ne			
He/N₂O;	physical sociations of the physical sociation of the physical sociatio				
H <sub>2</sub> /Ar; H <sub>2</sub> /N <sub>2</sub> ,	-253 °C; H <sub>2</sub>	-1967	-186:	-183	;-78.°C;∍
H <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub> ;	The state of the s	°C;	°C; Ar	°C, 02	CO <sub>2</sub>
H₂/Ñ₂O;	The state of the s	N <sub>2</sub> : -	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1		
N <sub>2</sub> /Ar	-253 °C; H <sub>2</sub>	-196	<del>-</del> 186	-183	-78 °C
Ng/CO₂;	The state of the s	°C;	°C; Ar	°C; O₂	CO <sub>2</sub>
Ha/NaO;		Nz			
Ar/He/ O <sub>2</sub>	-253 °C; H₂::≦	-196	-186	>183	-78.ºC;

	1 4 4 1 4 4 1 4 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	Charles and Charle	TERM TO THE PROPERTY CONTRACTOR CONTRACTOR
77:3:20 Vol		°C; Ar	°CCO <sub>2</sub> CO <sub>2</sub>
%		Nz. Projection	
N <sub>2</sub> /He/ O <sub>2</sub> ; =	-253.°C; H <sub>2</sub>	-196 -186	-183 / -78 °C;
77:3:20 Vol		°C; -   °C; Ar-	°C; O₂ CO₂
96		N <sub>2</sub>	

Je nachdem, wie groß die zugeführte Gasmenge ist, können so ohne größeren technischen und energetischen Aufwand sehr hohe Speicherdrücke, insbesondere auch solche über 300 bar realisiert werden.

Verfahren zur Herstellung von Gasgemischen oder zur Befüllung von Druckgasbehaltern mit einem Gasgemisch (Verfahren mit kalter Befüllung)

a) Manometrische Befüllung mit Gasgemisch mit Gaskomponente, die bei der Befülltemperatur als Flüssigkeit kondensiert.

Besonders vorteilhaft sind Druckgasbehalter (z.B. Gasgeneratoren für Airbags) milt Gasgemischen aus mindestens einer höhersledenden Komponente (bezogen auf die Befüllungstemperatur) und mindestens einer tiefersiedenden Komponente (bezogen auf die Befüllungstemperatur)

Beispiel: Helium/Argon-Gasgemisch oder Helium/Sauerstoff-Gasgemisch. Befüllung bei minus 196 °C (Flüssigstickstoffbad). Helium dient als tiefersiedende Komponente (bezogen auf die Befüllungstemperatur von minus 196 °C), Argon oder Sauerstoff dienen als höhersiedende Komponente (bezogen auf die Befüllungstemperatur von minus 196 °C). Das heißt bei Befüllung des gasformigen Gasgemisches Helium/Argon-Gasgemisch oder Helium/Sauerstoff-Gasgemisch in den im Flüssigstickstoffbad auf minus 196 °C abgekühlten Druckgasbehälter bleibt Helium im Druckgasbehälter gasförmig, wahrend Argon oder Sauerstoff kondensieren.

Das Verfahren mit der Abfüllung solcher Gasgemische ist besonders vorteilhaft für die Herstellung einer Drückgasquelle:

Wenn ein Gasgemisch aus 2 Komponenten, z.B. Argon und Hellum, z.B. unter LN2-Temperatur (LN2: kälteverflüssigter Stickstoff, Flüssigstickstoff) abgefüllt wird: wirdArgon auskondensieren und sogar in den festen Zustand übergehen, während
Helium gasförmig bleibt: Daraus ergibt sich das gegenüber der reinen
Heliumabfüllung unter LN2-Temperatur zusätzliche: Potenzial zur Druckabsenkung,
das bei zuhehmendem Argonanteil im Gemisch weiter ansteigt. Das heißt durch den
"verminderten Druck" bei der Befüllung des Druckgasbehälters bei der
Befüllungstemperatur wird bei einem gegebenen Fülldruck ein höherer Enddruck in
dem Druckgasbehälter bei Raumtemperatur erhalten.

Hier eine weitere Erläuterung des Verfährens

30

Nach Eintauchen des Druckgasbehälters in das Kältebad wird das zu füllende Gasgemisch über ein Gasversorgungssystem aus einem Druckgasspeicher oder mittels Kompressor in den Behälter gefüllt. Das Gasgemisch, z. B. Hellum/Argon nimmt hierbei schneil die Temperatur der Oberfläche des Druckgasbehälters und damit der Befüllungstemperatur (z.B. Siedelemperatur des Stickstoffs bei Einsatz eines Flüssigstickstoffbades) an Die Kompressionswarme wird dabei durch den Behälter an das Kältebad abgegeben. Es stellt sich die entsprechende Dichte ein, die natürlich wesentlich höher ist als bei Raumtemperatur.

Der Fülldruck wird dabei hauptsächlich durch die tiefersiedende Komponente bestimmt, da die höhersiedende sich verflüssigt oder sogar fest wird, wobei ihr 20 Partialdruck gegen "0" geht

Das Hellum nimmt in diesem Beispiel sozusägen die Rolle eines "Leitgases" an, well sein Partialdruck die bestimmende Größe ist.

Die erforderliche Füllmasse lässt sich so für die Siedetemperatur einfach über den Fülldruck des "Leitgases" exakt und reproduzierbar einstellen (manometrisch köntrollierte Befüllung). Die Bestimmung der Füllmenge in dem Druckgasbehälter erfolgt also über den Fülldruck der nicht kondensierenden, gasförmigen.

Gaskomponente: Der Fehler bei der manometrischen Füllmengenbestimmung durch köndensierende Gaskomponenten im Druckgasbehälter kann z.B. empirisch bestimmt und dann körrigiert werden.

Anschließend wird der Behälter mit geeigneten Mitteln unter Druck verschlossen.

b) Manometrische Befüllung mit Gasgemisch mit einer Gaskomponente,
 die bei der Befülltemperatur als Feststoff kondensiert.

Ausführung des Verfahrens wie unter a):

- Beispiel: Helium/Kohlendioxid-Gasgemisch, Befüllung bei minus 196 °C (Flüssigstickstoffbad)
  - c) Nacheinander erfölgende manömetrische Befüllung mit Gaskomponenten, die bei der Befülltemperatur als Gas vorliegen.

Die Gasgemische werden manometrisch in den kalten Behälter hergestellt/ eingefüllt durch Schrittweise manometrische Dosierung der gewünschten Partialdrucke der Gaskomponenten

- is Die Herstellung von Gasgemischen mittels eines manometrischen Füllverfahrens ist in der DE 197.04 868 C i beschrieben, worauf hiermit Bezug genommen wird. Das Verfahren mit der Befüllung eines gekühlten Druckbehälters läßt sich analog.
- 20 Beispiel
- 1: Hellum/Argon-Gasgemisch, Befüllung bei minus 78°C (Trockeneiskühlung):
  - 2. Helium/Stickstoff-Gasgemisch, Befüllung bei minus 183 °C:(Argon-Kaltebad).
    - d) Volumetrische Befüllung mit Gasgemisch, das bei der Befülltemperatur als Flüssigkeit vorliegt.

Das flüssige Gasgemisch wird in den Druckgasbehälter als Flüssigkeit dosien, wobei
die Menge z.B. in einer auf die Befülltemperatur oder darunter abgekühlten
Dosierbehälter mit bekanntem Volumen oder eine durch-Ventile verschließbare
30 "Meßstrecke", z.B. einen in die Füllleitung angeordneten Durchflüßbehälter, abgefüllt
wird. Die volumetrische Bestimmung der Flüssigkeitsmenge erfolgt vorteilhaft mit
genügend präzisen Durchflußmeßeinrichtungen (z.B. Durchflußsenson)

- e) Nachelnander erfolgende volümetrische Befüllung mit Gaskomponenten,
  die bei der Befülltemperatur als Flüssigkeit vorliegen.
- Die Gaskomponenten des Gasgemisches werden einzeln nacheinander in den Druckgasbehälter als Flüssigkeit dosiert, wobei die Mengen z.B. in einer auf die Befülltemperatur oder darunter abgekühlten Dosierbehälter mit bekanntem Volumen oder eine durch Ventile verschließbare "Meßstrecke", z.B. einen in die Füllleitung angeordneten Durchflußbehälter, abgefüllt werden. Die volumetrische Bestimmung der Flüssigkeitsmenge erfolgt vorteilhaft mit genügend präzisen.

Beispiel, Sauerstoff/Argon Gasgemisch, Befüllung bei minus 196 °C.
(Flüssigstickstoffbad).

ζ.

### f) Abfüllung eines Gasgemisches über vorgelagerten Messgasbehälter

In einen vorgeschalteten Behälter mit exakt definiertem Volumen wird bei definierter 20 Temperatur, bevorzugt Umgebungstemp, das vorgefertigte gasförmige Gasgemisch bei niedrigem Druck (40 bis 200 Bar) eingefüllt.

Als Gasquelle kann ein Mitteldruckspeicher, Bündel etc dienen oder eine aus den Einzelgaskomponenten volumetrisch hergestelltes Gemisch, das über einen Kompressor verdichtet wird

- 25 Der Messbehälter ist über geeignete Konfiguration Ventile (Prieumatik Ventile zur Automatislerung) an den in die tiefsiedende Flüssigkeit eingetauchten Behälter über eine lösbare Verbindung angeschlossen.
  - Das Volumen des zu füllenden Druckgasbehälters ist um den Faktor F. kleiner als der Gasmeßbehälter.
- Nach dem oben beschrieben Prinzip, wird durch Druckausgleich und durch die Kalte
  Oberfläche des Behälters das Gasgemisch bei der definierten Siedetemperatur
  eingefüllt. Die komplette, zuvor aus den Zustandsgrößen bestimmte Gasmenge
  des Messgasbehälters wird anschließend bei wesentlich höherer Dichte eingefüllt.

Anschließend wird der Behälter aus dem Kältebad entnommen und erwärmt. Es stellt sich ebenfälls eine entsprechende Druckerhöhung um den Faktor X ein. Auf diese Weise lassen sich Gasgemische mit höheren Siedetemperaturen als der Befülltemperatur exakt und definiert bei niedrigen Drucken einfüllen.

Die Vorteile von eben gelten entsprechend. Die Mengenbestimmung erfolgt über den Messgasbehälter.

Die Herstellung von Gasgemischen mittels eines Meßgasbehalters ist in der DE 197.

44 559 C2 beschrieben, worauf hiermit Bezug genommen wird. Das Vertahren mit
to der Befüllung eines gekühlten Druckbehälters läßt sich analog durchführen.

#### Die Vorteile der Verfahren mit kalter Befüllung:

- Die Befüllung kann mit wesentlich niedrigeren Arbeitsdrucken erfolgen
- Keine Höchstdrückkompressoren erforderlich, Standardkömponenten sind
  - Entsprechend wirtschäftlicher, geringere Wartungs- und Betriebskosten
  - Reproduzierbar und exakt.
- 20 Geringer Ausschuss.
  - Honer Wirkungsgrad z.B. bei Helium, geringe Verluste
    - Entsprechend wirtschaftlicher
  - Weniger aufwendige Qualitätssicherung, sogar kompletter Wegfall möglich.
  - Der Prozess ist schnell und in hohem Maß automatisierbar

Die Erfindung, Verfahren mit kalter Befüllung, wird am vereinfachten Beispiel der Abfüllung eines einkomponentigen Gases anhand der Zeichnung erläutert.

Fig. 1. zeigt ein stark vereinfachtes Schema einer Fülleinrichtung für Druckgefäße 30 Eig. 2 zeigt schematisch und als Beispiel die verschiedenen Stüfen eines Füllprozesses für Druckgefäße.

Die Fülleinrichtung in Fig. 1 weist ein zu befüllendes Druckgefaß 1, eine Druckgasquelle 2: z.B. eine Druckgasflasche (Fülldruck z.B. 300 bar) mit Helium oder Wasserstoff mit Absperrventil und Druckminderer, eine Gasverbindungsleitung 3 und ein Kältebad 4 mit einem tiefkalt verflüssigten Gas wie Flüssigstickstoff als Kältemittel auf Das Druckgefäß 1 ist z.B. Teil eines Gasgenerators eines Airbag-Systems oder eine Gaspatrone

Nach Eintauchen des Druckgefäßes 1 in das Kältebad 4 wird das zu füllende Gas aus der Druckgasquelle 2 in das Druckgefäß 1 durch Einstellung eines gewünschten Druckes (z.B. 90 bar absolut, eingestellf am Druckminderer der Druckgasflasche) gefüllt. Das Gas, z.B. Helium oder Wasserstoff nehmen hierbei schnell die

- Temperatur der Oberfläche und damit der Siedetemperatur des Kältemittels an. Das Gas wird im Druckgefäß I auf die Temperatur des Kältebades abgekühlt. Die Siedetemperatur des Gases liegt unter der Temperatur des Kältebades, so dass keine Kondensation des Gases im Druckgefäß I einfritt. Es stellt sich eine der Temperatur entsprechende Dichte ein, die wesentlich höher ist als bei
- Haumtemperatur. Die erforderliche Füllmasse des Gases lässt sich bei der könstanten Temperatur des Kältebades einfach über den Fülldruck exäkt und reproduzierbar einstellen. Anschließend wird das Druckgefäß 1 mit geeigneten Mitteln unter Druck verschlossen. Der Verschlüß des Druckgefäßes 1 erfolgt z.B. am Füllrohr (Gaszuleitung 3), das direkt nach dem Temperaturausgleich bei der Fülltemperatur zugequetscht und/oder zugeschweißt wird. Anschließend wird der Behälter aus dem Kältebad entnommen und erwärmt.
  - Man erzeugt über die Temperaturerhöhung (Erwarmung) eine Druckerhöhung (bei Hellum ca. 37-fach, bei H2 ca. 5-fach für einen Temperaturanstieg von 77 auf 288 K): Es fassen sich z.B. Fülldrücke von 700 bar oder 1000 bar (bei Flaumtemperatur) erzeugen.

In Fig. 2 werden Schritte bei der Gasbefüllung von Druckgefaßen 1 dargestellt: Das Druckgefaß wird während der Befüllung mit der Druckgasquelle 2 (nicht gezeigt) verbunden. Die Verbindung erfolgt über einen Anschluß der Füllleltung am Absperrventil 5.

#### Patentansprüche

- Verfahren zum Befüllen eines Druckgasbehälters, insbesondere eines
  Druckgasbehälters in einem Airbag System, mit einem Gasgemisch oder zur
  Herstellung eines Gasgemisches in einem Druckgasbehälter, wobei ein
  Gasgemisch als Gas oder kälteverflüssigtes Gas oder mindestens eine
  Gaskopmponente des Gasgemisches als Gas oder kälteverflüssigtes Gas in einen gekühlten Druckgasbehälter eingebracht wird
- in 2. Verlahren nach Ansprüch if, dadurch gekennzelchnet, dass ein Drück in dem befüllten und verschlossenen Drückgasbehälter durch Erwärmung erzeugt wird.
  - 3. Verfahren nach Ansprüch Foder 2. dadurch gekennzeichnet, dass die Erwärmung durch aktive Beheizung oder durch Temperaturausgleich auf Raumtemperatur, Umgebungstemperatur oder eine Temperatur oberhalb von 0°C erfolgt.
  - 4. Verfahren nach einem der Ansprüche I bis 3. dadurch gekennzeichnet, dass der Druckgasbehälter von außen mit einem tiefkalt verflüssigten Gas oder einem tiefkalt verflüssigten Gasgemisch gekühlt wird oder die Kühlung des Druckbehälters mittels eines Kältebades, eines Kühlblocks, eines kalten Gases, kalten Feststoffteilchen oder einer thermostatisierbaren Kühleinrichtung erfolgt.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche f bis 4. dadurch gekennzeichnet, dass die Befüllung des Druckgasbehälters bei einer Källe von mindestens minus 50°C zs oder weniger erfolgt
- 6. Verfahren nach einem der Ansprücke 1 bis 5. dadurch gekennzeichnet, dass die Befüllung des Druckgasbehälters bei konstanter oder im wesentlichen konstanter.

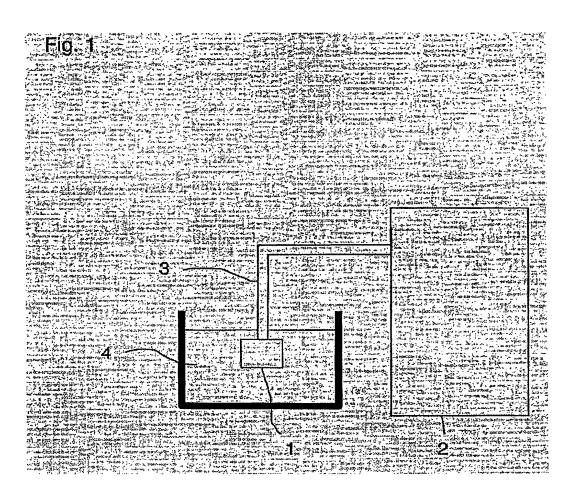
  Temperatur erfolgt:
- 7 Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Befüllung des Druckgasbehälters mit kälteverflüssigtem Gas oder einem kälteverflüssigten Gasgemisch die Bestimmung und Kontrolle der Füllmenge gravimetrisch oder volumetrisch erfolgt.
- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Bestimmung und Kontrolle der Füllmenge des gasförmigen Gases öder Gasgemisches bei der Befüllung manometrisch erfolgt.

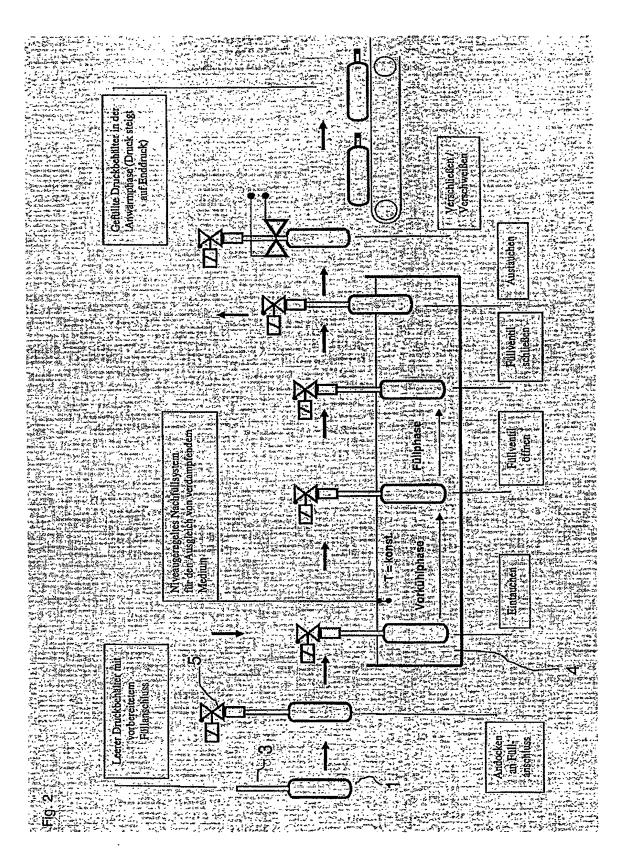
WO 2005/059431

- 9: Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8; dadurch gekennzeichnet, dass ein Meßgasbehalter eingesetzt wird.
- 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9. dadurch gekennzeichnet, dass das Einbringen von tiefkalt verflüssigtem Gas oder tiefkalt verflüssigtem Gasgemisch in den Druckgasbehälter durch Kondensation eines Gases in dem gekühlten Druckgasbehälter erfolgt.
- 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass 10 der Druckgasbehälter mit einem gasförmigen Gas oder Gasgemisch befüllt wird durch Befüllung mit mindestens einem vorgeferligten gasförmigen Gasgemisch oder durch aufeinander folgende Befüllung mit eines gasförmigen Gases oder durch aufeinander folgende Befüllung mit mindestens einem gasförmigen Gases und mindestens einem gasförmigen Gasgemisch:
  - 12.Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Befüllung des Druckgasbehälters mit einem Gas oder Gasgemisch unter Druck erfolgt.
- 20 13 Verwendung eines gekühlten oder kälteverflüssigten Gases oder Gasgemisches zur Herstellung eines Gasgemisches in einem Druckgasbehälter oder zur Druckbefüllung eines Druckgasbehälters mit einem Gasgemisch.

The second of th

14.Verwendung nach Anspruch 13. dadurch gekennzeichnet, daß der 25. Druckgasbehälter ein Druckgefäß in einem Arbag-System ist





Intermenales Aktenzeichen

IN	TERNATIONALER RECHERCHENBE	ERICHT	PCT/EP2004/053405		
A. KLASSI TPK 7	FIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES F17C5/04 F17C5/06				
12/10/	11703/04 11703/00				
Nach der In	ternationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Kla				
	RCHIERTE GEBIETE	SSIIIKATION UND GET IPK			
Recherchie	ter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbor $F17C$	ole)			
11 16 /	1170				
Recherchie	te aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, so	oweit diese unter die rect	perchierten Gehiete fallen		
			and the second s		
Während de	er internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (N	lame der Datenbank un	d evtl. verwendete Suchbegriffe)		
1	ternal, PAJ, WPI Data				
C. ALS WE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN				
Kategorie*	Bezelchnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angab	e der in Betracht komme	enden Teile Betr. Anspruch Nr.		
х	DE 198 17 324 A1 (MESSER GRIESHEI	(M CMRH)	1-7,		
	21. Oktober 1999 (1999-10-21)	-	11-13		
	Spalte 3, Zeile 63 - Spalte 4, Ze	eile 22			
Х	DE 101 07 895 A1 (MESSER GRIESHEI	(M GMBH)	1-6,8,		
	<ol> <li>September 2002 (2002-09-05)</li> <li>Absätze '0005!, '0029!; Abbildur</li> </ol>	v~ 1	10-13		
		ig i			
Х	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Bd. 012, Nr. 212 (M-710),		1-4,13		
:	17. Juni 1988 (1988-06-17)				
	& JP 63 013999 A (NICHIGOU ASECHI	REN KK),			
	21. Januar 1988 (1988–01–21) Zusammenfassung		İ		
		,			
	-	-/	· ·		
			į.		
X Weite	ere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu ehmen	X Slehe Anhang	Patentfamilie		
	Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :	*T* Spätere Veröffentlich	nung, die nach dem internationalen Anmeldedatum		
aber n	ntlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, cht als besonders bedeutsam anzusehen ist	Anmeldung nicht ko	datum veröffentlicht worden ist und mit der illidiert, sondern nur zum Verständnis des der liegenden Prinzips oder der ihr zugrundellegenden		
Anmek	Ookument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen dedatum veröffentlicht worden ist einen De	Theorie angegeben  "X" Veröffentlichung von	ist besonderer Bedeutung: die beanspruchte Erfindun		
scheine andere	L* Veröffentlichung, die geelgnet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er- scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie				
ausget	unrt)				
*O' Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht *P' Veröffentlichung die vor dem internationaten. Anmeldedetung aber and *P' Veröffentlichung die vor dem internationaten. Anmeldedetung aber and					
dem be	, worden et	*&* Veröffentlichung, die	Mitglied derselben Patentfamilie Ist		
Jaiui I USS F	Abschlusses der Internationalen Recherche	Absendedalum des	internationalen Recherchenberichts		
1:	I. April 2005	26/04/20	005		
Name und P	ostanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Be	ediensteter		
	Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswfjk Tel. (+31–70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,		_		
	Fax: (+31-70) 340-3016	Ciprian	o, P		

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intermonales Aktenzeichen
PCT/EP2004/053405

	PCT/EP2004/053405		004/053405	
	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN  Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komm.	"	18	
Kategorie®	Bezeichnung der Verotientlichung, soweit ertordenich unter Angabe der in Betracht kommi	enden Teile	Betr. Anspruch Nr.	
A	US 5 101 637 A (DAILY ET AL) 7. April 1992 (1992-04-07) Spalte 7, Zeile 38 - Spalte 9, Zeile 22; Abbildung 2		1-4,13	
A	GB 1 450 166 A (AGA AB) 22. September 1976 (1976-09-22) Seite 1, Zeile 47 - Zeile 84; Abbildung 4 Seite 2, Zeile 60 - Zeile 104		1-4,13	
A	US 5 837 027 A (OLANDER ET AL) 17. November 1998 (1998-11-17) das ganze Dokument		1,13	
	•			

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2004/053405

Im Recherchenbericht ngeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 19817324 A1	21-10-1999	AT DE DK WO EP PT	258665 59908427 1076794 9954656 1076794 1076794	D1 T3 A2 A2	15-02-2004 04-03-2004 24-05-2004 28-10-1999 21-02-2001 30-06-2004
DE 10107895 A1	05-09-2002	CN WO EP	1503886 02066884 1364152	A1	09-06-2004 29-08-2002 26-11-2003
JP 63013999 A	21-01-1988	KEIN	- - -		
US 5101637 . A	07-04-1992	KEIN			
GB 1450166 A	22-09-1976	SE AR BE DE FR JP NL	370272 198875 805049 2347000 2200473 49086909 7313054	A1 A1 A1 A1 A	07-10-1974 24-07-1974 16-01-1974 11-04-1974 19-04-1974 20-08-1974 26-03-1974
US 5837027 A	17–11–1998	AU EP JP WO	7584198 1017474 2002511915 9852678	A1 T	11-12-1998 12-07-2000 16-04-2002 26-11-1998

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intercental Application No PCT/EP2004/053405

A. CLASSIF IPC 7	FIGATION OF SUBJECT MATTER F17C5/04 F17C5/06			
According to	International Patent Classification (IPC) or to both national classific	ation and IPC		
B. FIELDS	SEARCHED			
Minimum do IPC 7	cumentation searched (classification system followed by classification ${\sf F17C}$	on symbols)		
	ion searched other than minimum documentation to the extent that s			
Electronic da	ata base consulted during the international search (name of data ba	se and, where practical, search terms used	)	
EPO-In	ternal, PAJ, WPI Data			
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the re-	levant passages	Relevant to claim No.	
Х	DE 198 17 324 A1 (MESSER GRIESHE 21 October 1999 (1999-10-21) column 3, line 63 - column 4, lin		1-7, 11-13	
X	DE 101 07 895 A1 (MESSER GRIESHE 5 September 2002 (2002-09-05) paragraphs '0005!, '0029!; figu	1-6,8, 10-13		
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 212 (M-710), 17 June 1988 (1988-06-17) & JP 63 013999 A (NICHIGOU ASECH 21 January 1988 (1988-01-21) abstract	IREN KK), -/	1-4,13	
ſ				
X Furt	ther documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed	in annex.	
° Special ca	ategories of cited documents:	"T" later document published after the int	emational filing date	
consider *E* earlier	*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance or priority date and not in conflict with the application but date to understand the principle or theory underlying the invention			
filing	filing date cannot be considered novel or cannot be considered to			
which citation "O" docum	which is cited to establish the publication date of another clation or other special reason (as specified)  "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such docu-			
other	other means  document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed  "document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed  "at document member of the same patent family			
Date of the	actual completion of the international search	Date of mailing of the International se-	arch report	
1	11 April 2005	26/04/2005		
Name and	mailing address of the ISA	Authorized officer		
	European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Cipriano, P		

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intermional Application No PCT/EP2004/053405

		PCT7EP2004/053405
	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category °	Citation of document, with Indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 101 637 A (DAILY ET AL) 7 April 1992 (1992-04-07) column 7, line 38 - column 9, line 22; figure 2	1-4,13
A	GB 1 450 166 A (AGA AB) 22 September 1976 (1976-09-22) page 1, line 47 - line 84; figure 4 page 2, line 60 - line 104	1-4,13
A	US 5 837 027 A (OLANDER ET AL) 17 November 1998 (1998-11-17) the whole document	1,13
į		
Form DCT/4SA		

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

PCT/EP2004/053405

	<del></del>		<del></del>	T
Patent document cited in search report	Publication date		Patent family member(s)	Publication date
DE 19817324 A	1 21-10-1999	AT DE DK WO EP PT	258665 T 59908427 D1 1076794 T3 9954656 A2 1076794 A2 1076794 T	15-02-2004 04-03-2004 24-05-2004 28-10-1999 21-02-2001 30-06-2004
DE 10107895 A	1 05-09-2002	CN WO EP	1503886 A 02066884 A1 1364152 A1	09-06-2004 29-08-2002 26-11-2003
JP 63013999 A	21-01-1988	NONE		
US 5101637 A	07-04-1992	NONE		
GB 1450166 A	22-09-1976	SE AR BE DE FR JP NL	370272 B 198875 A1 805049 A1 2347000 A1 2200473 A1 49086909 A 7313054 A	07-10-1974 24-07-1974 16-01-1974 11-04-1974 19-04-1974 20-08-1974 26-03-1974
US 5837027 A	17-11-1998	AU EP JP WO	7584198 A 1017474 A1 2002511915 T 9852678 A1	11-12-1998 12-07-2000 16-04-2002 26-11-1998

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
FADED TEXT OR DRAWING
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
Потнер.

### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.